

PCT

世界知的所有権機関  
国際事務局  
特許協力条約に基づいて公開された国際出願

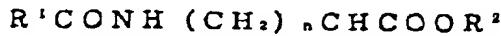


(1)

(51) 国際特許分類7 C07C 275/16, C09K 3/00 // C11B 15/00		A1	(11) 国際公開番号 WO00/53576
			(43) 国際公開日 2000年9月14日(14.09.00)
(21) 国際出願番号 PCT/JP00/01234			
(22) 国際出願日 2000年3月2日(02.03.00)			
(30) 優先権データ 特願平11/64328	1999年3月11日(11.03.99)	JP	(81) 指定国 US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)
(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 味の素株式会社(AJINOMOTO CO., INC.)(JP/JP) 〒104-8315 東京都中央区京橋一丁目15-1 Tokyo, (JP)			添付公開書類 国際調査報告書 請求の範囲の補正の期限前の公開; 補正書受領の際には再公開される。
(72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) 英 謙二(HANABUSA, Kenji)(JP/JP) 中山裕子(NAKAYAMA, Hiroko)(JP/JP) 木村 晃(KIMURA, Mutsumi)(JP/JP) 白井洋芳(SHIRAKI, Hirofusa)(JP/JP) 〒386-0018 長野県上田市常田三丁目15-1 信州大学 繊維学部内 Nagano, (JP)			
(74) 代理人 霜越正夫, 外(SHIIMOKOSHI, Masao et al.) 〒103-0027 東京都中央区日本橋三丁目15-2 高愛ビル9階 Tokyo, (JP)			

(54) Title: GELLING OR COAGULATING AGENTS FOR LIQUID ORGANIC MEDIA

(54) 発明の名称 液状有機媒体のゲル化又は固化剤



|

(1)

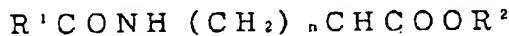


(57) Abstract

Novel  $N^a$ -alkyl- or alkenylcarbamoyl- $N^b$ -acylamino acid esters represented by general formula (1); (wherein  $R^1$  is linear or branched  $C_7$ - $C_{21}$  alkyl or alkenyl;  $R^2$  is linear, branched or cyclic  $C_1$ - $C_{22}$  alkyl or alkenyl;  $R^3$  is linear, branched or cyclic  $C_6$ - $C_{22}$  alkyl or alkenyl; and  $n$  is an integer of 2 to 4). These esters can gel or coagulate a wide variety of liquid organic media by the addition thereof even in a small amount to give gels excellent in long-term and ordinary-temperature stability, and can be synthesized by an easy and simple process, thus being useful as excellent gelling or coagulating agents.

(57)要約

本出願には、下記一般式(1)で示される新規化合物のN°-アルキル若しくはアルケニルカルバモイル-N°-アシルアミノ酸エステル化合物が開示されている。



| (1)



(式中、R<sup>1</sup>は炭素原子数が7~21の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を、R<sup>2</sup>は炭素原子数が1~22の直鎖若しくは分岐鎖の及び/又は環状構造を有するアルキル基若しくはアルケニル基を、R<sup>3</sup>は炭素原子数が8~22の直鎖若しくは分岐鎖の及び/又は環状構造を有するアルキル基若しくはアルケニル基を、そしてnは2~4の整数を示す。)

上記一般式(1)で示されるこれらのエステル化合物は、広範な種類の液状有機媒体を少量の添加量でゲル化又は固化させることができ、生じたゲル化物は常温付近での長期安定性に優れ、更に簡便な方法で合成できるので、優れたゲル化又は固化剤となりうる。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

A E	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	K Z	カザフスタン	R U	ロシア
A G	アンティグア・バーブーダ	D Z	アルジェリア	L C	セントルシア	S D	スードーン
A L	アルバニア	E E	エストニア	L I	リヒテンシュタイン	S E	スウェーデン
A M	アルメニア	E S	スペイン	L K	スリランカ	S G	シンガポール
A T	オーストリア	F I	フィンランド	L R	リベリア	S I	スロヴェニア
A U	オーストラリア	F R	フランス	L S	レソト	S K	スロヴァキア
A Z	オゼルバイジャン	G A	ガボン	L T	リトアニア	S L	シエラ・レオネ
B A	ボスニア・ヘルツェゴビナ	G B	英國	L U	ルクセンブルグ	S N	セネガル
B B	バルバドス	G D	グレナダ	L V	ラトヴィア	S Z	スウェーデン
B E	ベルギー	G E	グルジア	M A	モロッコ	T D	チャード
B F	ブルガニア・ファソ	G H	ガーナ	M C	モナコ	T G	トーゴー
B G	ブルガリア	G M	ガンビア	M D	モルドバ	T J	タジキスタン
B J	ベナン	G N	ギニア	M G	モダガスカル	T M	トルクメニスタン
B R	ブラジル	G R	ギリシャ	M K	マケドニア旧ユーゴスラヴィア	T R	トルコ
B Y	ペラルーシ	G W	ギニア・ビサオ	M L	共和国	T T	トリニダッド・トバゴ
C A	カナダ	H R	クロアチア	M N	マリ	T Z	タンザニア
C C F	中央アフリカ	H U	ハンガリー	M R	モンゴル	U A	ウクライナ
C G	コンゴ	I D	インドネシア	M W	モーリタニア	U G	ウガンダ
C H	スイス	I E	アイルランド	M X	マラウイ	U S	米国
C I	ニコトジボアール	I L	イスラエル	M Z	メキシコ	U Z	ウズベキスタン
C M	カムルーン	I N	インド	N E	モザンビーク	V N	ヴィエトナム
C N	中国	I S	イスランド	N E	ニジエール	Y U	ユーロッパラヴィア
C R	コスタ・リカ	I T	イタリア	N L	オランダ	Z A	南アフリカ共和国
C U	キューバ	J P	日本	N O	ノールウェー	Z W	ジンバブエ
C Y	キプロス	K E	ケニア	N Z	ニュージーランド		
C Z	チエコ	K G	キルギスタン	P L	ポーランド		
D E	ドイツ	K P	北朝鮮	P T	ポルトガル		
D K	デンマーク	K R	韓国	R O	ルーマニア		

## 明細書

## 液状有機媒体のゲル化又は固化剤

## (技術分野)

本発明は、常温で液状を呈する有機媒体をゲル化又は固化するのに有用なN<sup>u</sup>-アルキル若しくはアルケニルカルバモイル-N<sup>u</sup>-アシルアミノ酸エステル化合物及びこれらの少なくとも1種を含有することを特徴とするゲル化又は固化剤に関する。

## (背景技術)

常温で液状を呈する各種香粧品、医薬品、農薬、接着剤、樹脂、塗料等の流動性をコントロールすることにより、これらを多様化した使用目的に合致した形態に加工する方法は、産業上非常に重要な技術である。また、例えば、流出油事故による災害や海洋汚染は深刻な社会問題となっているが、油を固化することができれば油の拡散のみならず容易かつ効率よく回収することが可能となり、流出油のゲル化処理は極めて有効な流出油防除手段となりうる。また、一般家庭からでる食用の廃油は水質汚染の原因となるが、廃油を簡便な方法でゲル化処理し固形物として廃棄することができれば環境への悪影響を低減できる。

このような液状物質の流動性や粘度を制御する機能を有する物質としては、長鎖脂肪酸のアルカリ金属塩（特開昭55-75493）、金属石けん（特公昭59-52196）、12-ヒドロキシステアリン酸（特公昭60-44968）、多価アルコールとベンズアルデヒドの縮合物（特開昭59-77859）、N-アシルアミノ酸アミド（特公昭54-33798）等が知られていた。

この中で、長鎖脂肪酸のアルカリ金属塩や金属石けんは液状有機媒体をゲル化

又は固化させるのに多量の添加量を必要とし、pH等の使用条件にも制約がある。

また、1,2-ヒドロキシステアリン酸はゲル化できる有機媒体の種類が少なく、ゲル化能も低いため得られたゲルは強度が弱く脆くて崩れやすく、常温付近でのゲル安定性に欠ける。一方、ジベンジリデンソルビトールに代表される多価アルコールとベンズアルデヒドの縮合物は、多くの有機媒体をゲル化させることが出来るが、溶解温度が高いため低沸点物質や熱に弱い物質と併用する場合に制限がある。また、縮合物中のアセタール部位が不安定で分解するという欠点を有する。N-ラウロイル-L-グルタミン酸- $\alpha$ 、 $\gamma$ -ジ- $n$ -ブチルアミドに代表されるようなN-アシルアミノ酸アミドは少量の添加量で多くの有機媒体をゲル化又は固化させることができ得られたゲルの強度も強いが、メタノールのような低級アルコールに対してはゲル化能が乏しく、必ずしも満足したゲル化性能を有していないかった。

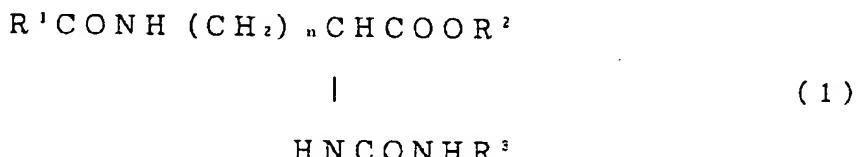
上記のような欠点を改良するために、近年液状有機媒体のゲル化又は固化剤の開発が活発に行われている。その一例として、シクロヘキサントリカルボキサミド（特開平10-273477）、ビス（アシルアミノ）シクロヘキサン誘導体（特開平10-237034）、オリゴペプタイドアルキルアミド誘導体（特開平10-245396、特開平10-226614）、ジアミノシクロヘキサンとアルキルイソシアネートを反応させて得られるジアルキルウレア誘導体（特開平8-231942）、環状ジペプチド（特開平7-247474、特開平7-247473）等が挙げられる。これらは、少量の添加量で多種多様の液状有機媒体をゲル化又は固化でき、得られるゲルの強度も強く常温付近での安定性にも優れる。しかし一方では、ゲル化能が化合物の立体配置によって大きく左右され、特定の立体配置を有する原料の合成、分離が難しく原料の入手が困難であったり、製造面で反応のステップが多く工程が複雑である等、生産性に問題がある。

## (発明の開示)

前項記載の従来技術の背景下に、本発明は、広範な種類の液状有機媒体を少量の添加量でゲル化又は固化させることができ、ゲル化物が常温付近での長期安定性に優れ、更に簡便な方法で製造できるゲル化又は固化剤を提供することを目的とする。

本発明者は、上述の問題点を解決するために鋭意検討を重ねた結果、下記一般式（1）で示されるN<sup>ω</sup>-アルキル若しくはアルケニルカルバモイル-N<sup>ω</sup>-アシルアミノ酸エステル化合物が、多種多様の液状有機媒体に対して優れたゲル化能力を有し、かつ簡便な方法で合成可能であることを見いたし、このような知見に基づいて本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は下記一般式（1）で示されるN<sup>ω</sup>-アルキル若しくはアルケニルカルバモイル-N<sup>ω</sup>-アシルアミノ酸エステル化合物そのもの、およびこれを有効成分として含有するゲル化又は固化剤に関する。



（式中、R<sup>1</sup>は炭素原子数が7～21の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を、R<sup>2</sup>は炭素原子数が1～22の直鎖若しくは分岐鎖の及び／又は環状構造を有するアルキル基若しくはアルケニル基を、R<sup>3</sup>は炭素原子数が8～22の直鎖若しくは分岐鎖の及び／又は構造環状を有するアルキル基若しくはアルケニル基を、そしてnは2～4の整数を示す。）

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明のエステル化合物は、N<sup>ω</sup>-アシルアミノ酸を出発原料とし、カルボキシ

ル基のアルコールによるエステル化と、 $\alpha$ -アミノ基とアルキルイソシアネート若しくはアルケニルイソシアネートとの反応によるアルキルカルバモイル化若しくはアルケニルカルバモイル化によって得られる。因みに、本発明のエステル化化合物は新規化合物である。

$N^{\omega}$ -アシルアミノ酸としては、 $N^{\epsilon}$ -アシルリジン、 $N^{\delta}$ -アシルオルニチン、 $N^{\gamma}$ -アシル- $\alpha$ 、 $\gamma$ -ジアミノ酪酸が挙げられ、この中で、 $N^{\epsilon}$ -アシルリジンがもっとも好ましい。

$N^{\omega}$ -アシルアミノ酸のアシル基としては、炭素原子数が8～22の直鎖若しくは分岐鎖の飽和若しくは不飽和の脂肪酸より誘導されるアシル基が好ましく、例えば、オクタン酸、デカン酸、ラウリン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸等の長鎖アシル基が挙げられる。アシル基の炭素原子数が8より小さい場合は、ゲル化能が乏しく、22より大きい場合は液状有機媒体への溶解性が劣り、溶解させるために高温での処理が必要となり適当でない。

$N^{\omega}$ -アシルアミノ酸は、例えば塩基性アミノ酸と長鎖脂肪酸とを加熱脱水することにより容易に合成できる。工業的に入手可能な $N^{\omega}$ -アシルアミノ酸としては味の素（株）製の「アミホープLL」（ $N^{\epsilon}$ -ラウロイル- $L$ -リジン）等を挙げることができる。

$N^{\omega}$ -アシルアミノ酸は、光学活性体又はラセミ体のいずれであっても差し支えない。また、これらは単独で使用してもよく、2種以上混合して使用してもよい。

$N^{\omega}$ -アシルアミノ酸のエステル化に使用されるアルコールとしては、炭素原子数1～22の直鎖若しくは分岐の飽和若しくは不飽和及び/又は環状を有するアルコールで、例えばメタノール、エタノール、n-ブロバノール、イソブロバノール、n-ブタノール、2-ブタノール、n-ペンタノール、n-ヘキサノール、シクロヘキサノール、n-ヘプタノール、n-オクタノール、2-エチルヘキサノール、n-ノナノール、n-デカノール、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール等である。

ルコール、バルミチルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、ステアリルアルコール、イソステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、2-オクチルドデカノール等が挙げられる。エステル化されていない場合は、化合物が結晶化してしまいゲル化能を有せず、また、炭素原子数が22を越える場合は、液状有機媒体への溶解性が劣り、溶解させるために高温での処理が必要となり、適当でない。

$N^{\omega}$ -アシルアミノ酸の $\alpha$ -アミノ基のアルキルカルバモイル化に使用されるアルキルイソシアネートとしては、炭素原子数が8～18の直鎖若しくは分岐及び／又は環状を有するものが使用でき、例えばオクチルイソシアネート、ノニルイソシアネート、デシルイソシアネート、ウンデシルイソシアネート、ドデシルイソシアネート、トリデシルイソシアネート、テトラデシルイソシアネート、ペンタデシルイソシアネート、ヘキサデシルイソシアネート、ヘプタデシルイソシアネート、オクタデシルイソシアネート、2-エチルヘキシルイソシアネート、2-ヘキシルデシルイソシアネート等が挙げられる。アルキルイソシアネートの炭素原子数が8より小さい場合は、ゲル化できる有機溶媒が限られ、炭素原子数が18より大きい場合は、液状有機媒体への溶解性が劣り、溶解させるために高温での処理が必要となり適当でない。工業的に入手可能なアルキルイソシアネートとしては保土ヶ谷化学工業（株）製の「ミリオネートO」（オクタデシルイソシアネート）等を挙げることができる。これらは単独で使用してもよく、又は2種以上を混合して使用してもよい。

本発明のエステル化合物は、先に言及したように、新規化合物であって、前述の $N^{\omega}$ -アシルアミノ酸とアルコールとアルキルイソシアネート若しくはアルケニルイソニアネートを原料とし、一般に公知慣用の手法により合成することができる。例えば、先ず $N^{\omega}$ -アシルアミノ酸のカルボキシル基のエステル化を触媒の存在下、若しくは無触媒下でアルコールとの加熱（常圧、減圧）脱水縮合反応、

エステル交換反応、共沸脱水縮合反応等のエステル化反応に準じて行った後、生成したN<sup>ω</sup>-アシルアミノ酸エステル化合物と当量のアルキルイソシアネート若しくはアルケニルイソシアネートを不活性溶媒中で触媒の存在下、若しくは無触媒下で反応させることにより合成することができる。もちろん、これらの方法によらずとも、先にN<sup>ω</sup>-アルキル若しくはアルケニルカルバモイル-N<sup>ω</sup>-アシルアミノ酸とし、次いでこれをエステル化する方法であっても何等差し支えない。

このようにして得られた反応生成物には目的とするエステル化合物の他に未反応の原料が残存する場合もあるが、抽出、再結晶、クロマトグラフィー等の公知の方法により精製することができる。この精製は、本発明のゲル化又は固化剤の用途により、本発明の目的（効果）の害されない程度に行うことでよい。なお、ゲル化能に影響がない範囲においては、混合物のまま使用してもよい。

本発明のエステル化合物を有効成分とする本発明の液状有機媒体のゲル化又は固化剤の調製には特別の困難はない。極端な場合は、本発明のエステル化合物のみで本発明のゲル化又は固化剤ということができ、また、本発明の目的を害しない範囲でこれにこの分野で常用の希釈剤、賦形剤等の添加物を配合して調製することができる。

本発明のエステル化合物は広範な種類の液状有機媒体を少量の添加量でゲル化又は固化させる作用に優れる。ここでいう液状有機媒体としては、例えばガソリン、灯油、軽油、重油等の鉱物油；鯨油、ニシン油等の動物油；大豆油、オリーブ油、ヒマシ油、アマニ油、コーン油、ヒマワリ油、ナタネ油、綿実油等の植物油；石油ベンジン、流動パラフィン、ベンゼン、トルエン、ヘキサン、シクロヘキサン等の炭化水素類；酢酸エチル、酢酸ブチル、酢酸アミル、セバシン酸ジエチル、セバシン酸ジオクチル、フタル酸ジエチル、フタル酸ジオクチル、ポリオキシアルキレングリコール脂肪酸エステル等のエステル類；ジグライム、ポリアルキレングリコールエーテル等のエーテル類；T H F、ジオキサン等の環状エー

テル類；アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサンノン、アニスアルデヒド等のケトン及びアルデヒド類；メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等の低級アルコール類；メチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン等のシリコン油類；クロロベンゼン、四塩化炭素等のハロゲン含有物質類；DMF、DMSO等の高極性有機溶剤等、可燃性及び不燃性の有機媒体の種類を問わず極めて広範囲に有効であり、これらの有機媒体が混合されたもの及び主成分である媒体に対しても有効である。

本発明のエステル化合物を有効成分とするゲル化又は固化剤による液状有機媒体のゲル化又は固化には特別の困難はなく、例えば、次のようにして行うことができる。すなわち、本発明のゲル化又は固化剤（これには、前記のように、本発明のエステル化合物のみからなるものも含まれる）を上述の液状有機媒体に添加し、必要に応じて50～120°C程度に均一状態になるよう加熱攪拌した後、常温にて放置することにより、前記液状有機媒体をゲル化物又は固化物に変えることができる。本発明のエステル化合物の使用量としては、ゲル化又は固化せしめる有機媒体の種類にもよるが、液状有機媒体1,000重量部に対し、1～400重量部、好ましくは1～200重量部で、より好ましくは1～100重量部、更に好ましくは2～80重量部である。使用量が1重量部より少ないと十分にゲル化又は固化せず、400重量部より多いとゲル化又は固化する際ゲル化剤の一部が結晶化し析出するため不均一状態となり、外観不良や安定したゲル化又は固化強度が保てず適当でない。また、ゲル化物又は固化物の固さは本発明のエステル化合物の添加量によって自由に調節することができる。

先に説明したように、本発明のエステル化合物（従って、また、本発明のゲル化又は固化剤）は、工業的に製造されている入手が容易な原料から簡便な方法で合成でき、また上述のような液状有機媒体を含有する各種香粧品、医薬品、農薬、

接着剤、樹脂、塗料等に添加することによりそれらの流動性をコントロールすることができ、また、流出油や家庭廃油の処理にも有用である。

(発明を実施するための最良の形態)

以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定される物ではない。

製造例 1  $N^{\circ}$ -オクタデシルカルバモイル- $N^{\circ}$ -ラウロイルリシンメチルエステルの合成

$N^{\circ}$ -ラウロイル-L-リジン（「アミホープLL」、味の素（株）製）107 g (0.326 mol) にメタノール 800 ml を加え、氷水中で冷却しながら乾燥塩化水素ガスを導入し、攪拌して完全に均一な溶液とした。更に塩化水素ガスを飽和するまで導入した。この反応混合物を湿気が入らないようにして一晩放置した。反応溶液を減圧濃縮し、残分に新たに 200 ml のメタノールを加えて減圧濃縮した。この操作を 2 回繰り返し、得られた残分にジエチルエーテル 500 ml を加え軽く振り混ぜ吸引濾過でエーテルを除去し生成物を濾取した。この塩酸塩を 3 L の水に溶かし、450 ml のモルホリン水溶液 (2.30 mol) を加えてよく攪拌し、結晶を析出させ濾別後乾燥し、 $N^{\circ}$ -ラウロイル-L-リシンメチルエステル 78.2 g (0.228 mol) を得た。次に、トルエン 750 ml を加え、90°C に加熱し攪拌して透明な均一溶液とした。ここに、オクタデシルイソシアネート（「ミリオネットO」、保土谷化学（株）製）67.4 g (0.228 mol) を滴下した後、加熱攪拌を行い反応を完結させた。攪拌を停止し、溶液が冷えてゲル化した反応生成物を碎き、500 ml の石油エーテルを加え濾別後減圧乾燥した。2-プロパノールより再結晶し白色粉末状化合物を 141 g (0.221 mol、収率 68%) 得た。このものの元素分析、IR、

NMR等の示性値は、目的化合物の化学構造を支持していた。IR測定結果を以下に示す。

IR測定結果 (KBr) : 3331, 2920, 2851, 1719, 1642, 1527, 1467, 1210, 1191, 1171 cm<sup>-1</sup>。

**製造例2 N<sup>o</sup>-オクタデシルカルバモイル-N<sup>o</sup>-ラウロイル-L-リジンエチルエステルの合成**

製造例1のエステル化反応でメタノールの代わりにエタノールを1.3L用いたことを除いては同製造例におけると同様にして、N<sup>o</sup>-ラウロイル-L-リジンエチルエステルを111.6g (0.313mol) 得た。ここに、オクタデシルイソシアネート92.5g (0.313mol) を滴下した後、製造例1の方法と同様にして操作し、白色粉末状化合物を189g (0.290mol、収率89%) 得た。このものの元素分析、IR、NMR等の示性値は目的化合物の化学構造を支持していた。IR測定結果を以下に示す。

IR測定結果 (KBr) : 3305, 2919, 2850, 1726, 1640, 1557, 1541, 1466, 1189 cm<sup>-1</sup>。

**比較例1 N<sup>o</sup>-n-ブチルカルバモイル-N<sup>o</sup>-ラウロイル-L-リジンエチルエステルの合成**

製造例2のエステル化反応で得られたN<sup>o</sup>-ラウロイル-L-リジンエチルエステルに、オクタデシルイソシアネートをn-ブチルイソシアネートに変えて同様に操作し、白色粉末状化合物を122g (収率82%) 得た。

**比較例2 N<sup>o</sup>-シクロヘキシルカルバモイル-N<sup>o</sup>-ラウロイル-L-リジンエチルエステルの合成**

製造例2のエステル化反応で得られたN'－ラウロイル－L－リジンエチルエステルに、オクタデシルイソシアネートをシクロヘキシリイソシアネートに変えて同様に操作し、白色粉末状化合物を133.5 g（収率85%）得た。

#### 比較検査例 1

製造例1および2で得られた本発明のエステル化合物並びに比較対照として本発明のエステル化合物には含まれない比較例1および2の化合物、12-ヒドロキシステアリン酸、及びN-ラウロイル-L-グルタミン酸- $\alpha$ 、 $\gamma$ -ジ-*n*-ブチルアミドについて、下記の試験方法により代表的な有機媒体に対するゲル化又は固化能を試験した。それらの結果を後記第1表に示す。

#### 試験方法

本発明の化合物及び比較対照化合物をそれぞれ蓋つき試験管に50 mgずつ精秤して加え、各々に各種有機媒体をそれぞれ2 mlずつ入れ、蓋をして完全に均一に溶解するまで加熱した。溶解後、25°Cの恒温槽に2時間静置し様子を肉眼で観察した。ゲル化が不完全な場合は化合物を追加し、完全にゲル化していた場合は有機媒体を追加し、1 ml当たりの各有機媒体をゲル化させるのに必要な化合物の最低量 (mg) を求めた。ただし、加える化合物の最大量は有機媒体2 mlに対し200 mgまでとし、この状態で液状のもの又は結晶化して析出するものは「ゲル化せず」と評価した。なお、表中の「-」は、未測定であることを示す。

第1表

液状有機媒体	実施例1		実施例2		比較例1		比較例2		比較例3		比較例4	
	製造例1の化合物	製造例2の化合物	比較例1の化合物	比較例2の化合物	1,2-ヒトロギシステアリン酸	N-アシルアミノ酸アミド	1,2-ヒトロギシステアリン酸	N-アシルアミノ酸アミド	1,2-ヒトロギシステアリン酸	N-アシルアミノ酸アミド	1,2-ヒトロギシステアリン酸	N-アシルアミノ酸アミド
酢酸エチル	2.6	2.5	2.0	1.5	8.0	1.5	8.0	1.5	8.0	1.5	8.0	1.5
シクロヘキサン	4.5	5.0	3.5	5.0	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	2.5
メタノール	2.5	7.0	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	—
1,4-ジオキサン	2.7	2.3	2.5	2.5	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	—
デトラヒドロフラン	5.0	6.0	6.5	6.5	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	3.0
ベンゼン	3.9	2.7	1.5	1.5	—	—	—	—	—	—	—	1.5
トルエン	3.4	3.0	2.5	2.0	2.5	2.0	2.5	2.0	2.5	2.0	2.5	2
クロロベンゼン	2.9	3.0	1.5	3.0	—	—	—	—	—	—	—	—
ニトロベンゼン	1.5	1.7	1.5	1.0	—	—	—	—	—	—	—	—
DME	3.5	4.0	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	8.5
DMSO	1.8	2.5	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	9.5
四塩化炭素	6.0	8.0	3.0	5.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	3.0
ビリジン	3.8	3.5	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	9.0
軽油	1.3	2.0	1.0	1.0	—	—	—	—	—	—	—	—
シリコンオイル	2.0	3	1.0	5	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	ゲル化せず	1.0

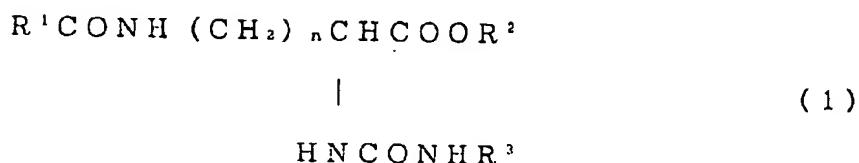
第1表より本発明のエステル化合物は、従来のゲル化剤に比べ少量の添加で多種の有機媒体をゲル化させることが可能であることが明らかである。また、得られたゲル化物を30°Cにおいて1か月保存しその状態を観察したところ、初期状態と何等変化なくゲル化物は均一で長期間の保存においても液体部分の発生はなく安定であることが確認された。

(産業上の利用可能性)

本発明によれば、上記化学式(1)で示されるN<sup>a</sup>-アルキル若しくはアルケニルカルバモイル-N<sup>a</sup>-アシルアミノ酸エステル化合物を用いて広範な種類の液状有機媒体を少量の添加量でゲル化又は固化させることが可能であり、ゲル化物が常温付近での長期安定性に優れ、更に簡便な方法で合成できるゲル化又は固化剤を提供できる。

## 請求の範囲

1. 下記一般式（1）で示されるN<sup>o</sup>-アルキル若しくはアルケニルカルバモイルーN<sup>o</sup>-アシルアミノ酸エステル化合物。



（式中、R<sup>1</sup>は炭素原子数が7～21の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を、R<sup>2</sup>は炭素原子数が1～22の直鎖若しくは分岐鎖の及び／又は環状構造を有するアルキル基若しくはアルケニル基を、R<sup>3</sup>は炭素原子数が8～22の直鎖若しくは分岐鎖の及び／又は環状構造を有するアルキル基若しくはアルケニル基を、そしてnは2～4の整数を示す。）

2. 請求の範囲1記載のN<sup>o</sup>-アルキル若しくはアルケニルカルバモイルーN<sup>o</sup>-アシルアミノ酸エステル化合物の少なくとも1種を有効成分として含有することを特徴とする液状有機媒体のゲル化又は固化剤。

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/01234

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C07C275/16, C09K3/00 // C11B15/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C07C275/16, C09K3/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
CAPLUS (STN), CAOLD (STN), REGISTRY (STN)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
EX	KATO, Takashi et al.,	1
EA	'Liquid-crystalline physical gels: electro-optic behavior and anisotropic molecular self-aggregation', Polym. Mater. Sci. Eng., 2000, No.82, p.334-335	2
A	US, 4624962, A (Hoechst Aktiengesellschaft), 25 November, 1986 (25.11.86) & JP, 58-55451, A & EP, 74070, A1	1-2
A	JP, 52-66885, A (AJINOMOTO CO., INC.), 02 June, 1977 (02.06.77) (Family: none)	1~2

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

- \* Special categories of cited documents:
- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
20 June, 2000 (20.06.00)Date of mailing of the international search report  
04.07.00Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. 7 C07C275/16, C09K3/00 // C11B15/00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. 7 C07C275/16, C09K3/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAPLUS (STN), CAOLD (STN), REGISTRY (STN)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
EX EA	KATO, Takashi et al., 'Liquid-crystalline physical gels: electro-optic behavior and anisotropic molecular self-aggregation', Polym. Mater. Eng., 2000, No. 82, p.334-335	1 2
A	US, 4624962, A (Hoechst Aktiengesellschaft) 25.11月.1986 (25.11.86) & JP, 58-55451, A & EP, 74070, A1	1 ~ 2
A	JP, 52-66885, A (味の素株式会社) 2.6月.1977 (02.06.77) (ファミリーなし)	1 ~ 2

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

## 国際調査を完了した日

20. 06. 00

## 国際調査報告の発送日

04.07.00

## 国際調査機関の名称及びあて先

日本特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

## 特許庁審査官 (権限のある職員)

本堂 裕司

4 H 9049

電話番号 03-3581-1101 内線 3443